

DERWENT-ACC-NO: 1985-150391  
DERWENT-WEEK: 198525  
COPYRIGHT 1999 DERWENT INFORMATION LTD

60-831753

TITLE: Mfg. titanium-nickel alloy - involves forming gradient parallel to  
length of capillary mould NoAbstract Dwg 0/17

PATENT-ASSIGNEE: SUMITOMO ELECTRIC IND CO[SUME]

PRIORITY-DATA: 1983JP-0190541 (October 11, 1983)

PATENT-FAMILY:

PUB-NO	PUB-DATE	LANGUAGE	PAGES	MAIN-IPC
JP 60083753 A	May 13, 1985	N/A	004	N/A

APPLICATION-DATA:

PUB-NO	APPL-DESCRIPTOR	APPL-NO	APPL-DATE
JP60083753A	N/A	1983JP-0190541	October 11, 1983

INT-CL (IPC): B22D011/06; B22D027/04

ABSTRACTED-PUB-NO:

EQUIVALENT-ABSTRACTS:

TITLE-TERMS:

MANUFACTURE TITANIUM NICKEL ALLOY FORMING GRADIENT PARALLEL LENGTH CAPILLARY  
MOULD NOABSTRACT

DERWENT-CLASS: M22 P53

CPI-CODES: M22-G03K;

⑩ 日本国特許庁(JP)

⑪ 特許出願公開

⑫ 公開特許公報(A)

昭60-83753

⑬ Int.Cl.<sup>4</sup>

識別記号

庁内整理番号

⑭ 公開 昭和60年(1985)5月13日

B 22 D 11/06  
27/04

7109-4E  
A-6554-4E

審査請求 未請求 発明の数 1 (全6頁)

⑮ 発明の名称 機能合金部材の製造方法

⑯ 特 願 昭58-190541

⑰ 出 願 昭58(1983)10月11日

⑱ 発 明 者 澤 田 和 夫 大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社  
大阪製作所内

⑲ 発 明 者 林 和 彦 大阪市此花区島屋1丁目1番3号 住友電気工業株式会社  
大阪製作所内

⑳ 出 願 人 住友電気工業株式会社 大阪市東区北浜5丁目15番地

㉑ 代 理 人 弁理士 深見 久郎 外2名

明 細 書

1. 発明の名称

機能合金部材の製造方法

2. 特許請求の範囲

(1) 熱弾性型マルテンサイト変態をする $\beta$ 黄銅型銅合金の溶湯を、加圧下で、該合金溶湯と反応しない耐火物質よりなるキャピラリ内より出口方向へ至らせ、キャピラリの出口近傍では引出し方向とほぼ平行な温度勾配を与えて凝固させながらキャピラリから引出すことを特徴とする、機能合金部材の製造方法。

(2) 前記引出し方向は上方であり、前記加圧は前記溶湯に別に圧力を付与することにより行なわれる、特許請求の範囲第1項記載の機能合金部材の製造方法。

(3) 前記引出し方向は下方であり、前記加圧は前記溶湯の自重、または溶湯に別に圧力をかけること、または凝固部を下方に引出すことにより与えられる、特許請求の範囲第1項記載の機能合金部材の製造方法。

(4) 前記機能合金部材は、単結晶である、特許請求の範囲第1項ないし第3項のいずれかに記載の機能合金部材の製造方法。

(5) 前記機能合金部材は、中空の異型断面を有する長尺単結晶部材である、特許請求の範囲第4項記載の機能合金部材の製造方法。

(6) 前記引出しは、非酸化または還元雰囲気中で実施される、特許請求の範囲第1項ないし第5項のいずれかに記載の機能合金部材の製造方法。

(7) 前記非酸化または還元雰囲気は、1気圧以上の圧力とされる、特許請求の範囲第6項記載の機能合金部材の製造方法。

(8) 前記合金として、熱弾性型マルテンサイト変態温度が室温より低温になるように設定した組成のものを選ぶ、特許請求の範囲第1項ないし第7項のいずれかに記載機能合金部材の製造方法。

(9) 前記熱弾性型 $\beta$ 黄銅型銅合金は、主として、10~45重量%のZnと12重量%以下のAlとを含有し残部がCuである、特許請求の

範囲第1項ないし第8項のいずれかに記載の機能合金部材の製造方法。

(10) 前記熱弾性型β黄銅型銅合金は、主として、9～15重量%のAlと10重量%以下のNiとを含有し残部がCuである、特許請求の範囲第1項ないし第8項のいずれかに記載の機能合金部材の製造方法。

### 3. 発明の詳細な説明

#### 発明の分野

この発明は、Cu-Zn-Al、Cu-Al-Niなどの形状記憶効果(それに付随する超弾性効果、防振効果を含む)を示すβ黄銅型銅合金からなる部材の製造方法に関するものである。

#### 先行技術の説明

Cu-Zn-Al系機能合金やCu-Al-Ni系機能合金は、その原料費が安価でありかつ溶解作業性や加工性も比較的良好であるので、銅系機能合金のうちでは有望視されている。しかしながら、主に次のような欠点を有している。

すなわち、その1つは、熱間加工工程や形状記

憶効果を付与する工程において、結晶粒が粗大化しやすく形状記憶特性が劣化することであり、他の1つは、結晶粒の粗大化に伴ない耐疲労特性が劣化したり結晶粒界で割れやすくなること、である。

より詳細に述べると、銅系機能合金部材は、組成的に均一であることが好ましい。そのために、高温で均一化焼鈍処理を施す工程、共析反応を生じない高温域での熱間加工工程、さらには形状記憶効果付与のためのβ相構造からの焼入れ処理(β化処理)など、高温加熱処理が多い。したがって、製造工程中に結晶粒が粗大化しやすくなる。また、銅系機能合金は、結晶方位による弾性異方性が大きく弾性歪を緩和するために結晶粒界で応力集中が生じる。その上に、マルテンサイト変態の際には、その変態歪を緩和するために結晶粒界で応力集中が生じる。したがって、特に結晶粒が粗大化しているときには、これら結晶粒界における応力集中の影響によって、疲労寿命が短くなり疲労破壊やその他の破壊がこの結晶粒界から生じ

やすくなる。

また、一般に機能合金において、回復可能な変形量は結晶構造の変化に由来する形状変化によって決定される。すなわち、結晶方位によって最大回復可能変形量が異なり、このことが前述した変態歪の緩和による粒界破壊の一因となっている。したがって、多結晶状態の部材では、回復可能な変形量は、各結晶方位の平均となり、当然のことながら特定の結晶方位によって得られる最大回復可能変形量よりも小さくなる。

これらの問題点を解決する一手段として、機能合金を、単結晶として用いる方法がある。一般に、機能合金の単結晶を製造する方法としては、帯溶融法(ゾーンメルト法)や、ブリッジマン法などがある。しかしながら、帯溶融法では典型断面の部材を製造するのが不可能であり、他方、ブリッジマン法においても、パイプなどの中空体を製造することができない。したがって、さらに切削加工等が必要とされる。

#### 発明の目的

それゆえに、この発明の目的は、任意の断面形状を有する機能合金部材を少ない工程数で容易に製造することができる方法を提供することである。

この発明の他の目的は、耐疲労特性を改善でき、回復可能変形量の低下を防止できる機能合金部材の製造方法を提供することである。

#### 発明の概要

この発明の機能合金部材の製造方法では、熱弾性型マルテンサイト変態をするβ黄銅型銅合金の溶湯を、加圧下で、該合金溶湯と反応しない耐火物質よりなるキャピラリ内より出口方向へ至らせ、キャピラリの出口近傍では引出し方向とほぼ平行な温度勾配を与えて凝固させながらキャピラリから引出すという各工程が特徴となっている。このことを、第1図を参照して、より具体的に説明する。

銅合金の溶湯1は、この溶湯1と反応しない耐火物質よりなる容器2内に収納された状態で、ヒータ3による加熱下に置かれる。容器2の一方端には、キャピラリ4が形成され、容器2の他方端

側には、圧力5が与えられる。この圧力5によって、溶湯1は、キャピラリ4の出口方向へ至る。そして、この出口近傍において、溶湯1は凝固されながらキャピラリ4から引出され、所望の機能合金部材6が得られる。キャピラリ4の出口近傍では、溶湯1に対して、引出し方向とほぼ平行な温度勾配が与えられ、結晶が成長するのに十分な条件が付与される。なお、第1図において、凝固界面は、参照数字7で示されている。

上述した説明から明らかなように、この発明によれば、溶湯から、直接、最終形状（または最終形状に近い形状）を得ることができるので、切削加工を伴う場合に比べて、工程数を大幅に削減することができる。また、キャピラリの形状を変えることによって、得ようとする部材の断面形状を容易に変更することができ、任意の断面形状、たとえば異型断面であっても、さらには中空体であっても、良好な歩留りをもって能率的に製造することができる。さらに、この発明によれば、得ようとする機能合金部材を容易に単結晶部材とす

ることができ、したがって、耐疲労特性の改善や、形状回復変形量の増大などを図ることができる。

上述した第1図に示す一具体例では、溶湯1の引出し方向は上方であり、別に圧力5を付与して、溶湯1に対して圧力をかけた状態で実施されたが、引出し方向を下方としながら、溶湯の自重と表面張力をバランスさせて、溶湯を引下げてよい。なお、このことは、後述する説明において、第12図を参照して明らかにされる。

また、好ましい実施例では、溶湯の引出しは、非酸化または還元雰囲気で行われる。したがって、たとえば、アルゴンまたは真空雰囲気を用いられる。なお、Znのように、蒸発性の高い元素を含む組成の場合には、このような蒸発を防ぐため、1気圧以上の圧力をもった雰囲気であることが好ましい。

また、この発明の好ましい実施例では、熱弾性型マルテンサイト変態温度が室温より低値になるように設定した組成の合金が用いられる。このようにすることにより、室温において超弾性挙動を

示す機能合金部材や、加熱により形状が収縮もしくは拡大する機能合金部材を得ることができ、通常の温度条件下における使用に対して便宜を図ることができる。

また、この発明の好ましい実施例では、熱弾性型β黄銅型銅合金は、主として、10～45重量%のZnと12重量%以下のAlとを含有し、残部がCuである銅合金、または、主として、9～15重量%のAlと10重量%以下のNiとを含有し残部がCuである銅合金が用いられる。

上述の前者の組成において、Znを10～45重量%の範囲内に限定したのは、Znが10重量%未満では形状記憶効果を有し難く、またZnが45重量%を超えて含有されていても同様に形状記憶効果を有し難いからである。また、Alを12重量%以下としたのは、これを超えると、合金の変態温度域が上昇し、実用上意味がなくなるからである。

前述の後者の組成において、Alを9～15重量%の範囲内に限定したのは、Alがその範囲外

であるならば、高温においてもβ相構造とはなり得ず、形状記憶効果を出し得ないからである。また、Niを10重量%以下としたのは、これを超えると、いたずらに変態温度域が下降し、実用上意味がなくなるからである。

#### 実施例の説明

##### 実施例 1

実施例1においては、第1図に示す装置を用いた。そして、第1図におけるキャピラリ4として、第2図ないし第4図に示す形状のものが選ばれた。第2図はキャピラリ4の先端における凝固界面7付近を一部断面で示す斜視図である。第3図はキャピラリ4の上面図であり、第4図は第3図の線IV-IVに沿う断面図である。

これらの図面に示されるキャピラリ4は、第2図にその一部が示されているように、断面円形かつ中空のパイプ状とされた機能合金部材6を得るように設計されている。キャピラリ4には、第3図および第4図に示すように、容器2（第1図）内に通過する複数個の通路8が形成されていて、

この通路8の上方に、機能合金部材6の断面形状を与える成形空間9が形成される。

このようなキャピラリ4を用いて、アルゴンガス1気圧の雰囲気中で、熱弾性型マルテンサイト変態温度が50℃となる組成のCu-Zn-Al合金からなる溶湯1から、成長方位が[001]方位であるパイプ6を作製した。なお、[001]方位は、回復歪の最も大きな方位であることがわかっている。

このパイプ6内に砂を入れて座屈を防止しながら、第5図に示すように、90度に曲げ、この曲げた状態を固定して、800℃から水冷処理した後、室温で、第6図に示すように、真直ぐに伸ばした。この段階で、パイプ6内の砂は取除かれた。そして、第7図に示すように、パイプ6は、壁10に設けられた孔11に挿入された。なお、このように挿入されたパイプ6の先端側へは、壁10が妨害して、手が届かない状況にあるものとする。その後、パイプ6を50℃以上に加熱すると、第8図に示すように、90度に折れ曲がり、パイプ

6は元の形状記憶処理された形状に戻る。このようにして、手が届かない壁10の周囲での配管が可能となった。

#### 実施例 2

この実施例では、第9図に示すようなスリット12が形成されたパイプ6が得られる。このような形状のパイプ6を得るために、第10図に上面図で示されたキャピラリ4が用いられる。第11図は第10図の線XⅠ-XⅠに沿う断面図である。第10図および第11図から明らかなように、第3図および第4図に示したのと同様の通路8および成形空間9がキャピラリ4に形成される。この実施例では、さらに、成形空間9を仕切るように、仕切壁13が形成される。この仕切壁13によって、スリット12が形成されるわけである。

第10図および第11図に示したキャピラリ4が、第1図の装置に組込まれ、アルゴンガス1気圧の雰囲気中で、熱弾性型マルテンサイト変態温度が-10℃となる組成のCu-Zn-Al合金の溶湯から、第9図に示すようなスリット12の入

った形状のパイプ6を作製した。なお、このパイプ6の内径は、29mmであった。このパイプ6を長さ5cmに切断したものを、750℃から水冷処理した後、(ドライアイス+アルコール)中で4%径を拡張、室温に戻すと、元の径に縮んだ。このとき、室温では、超弾性挙動を示し、ばね性を有するリングとなった。

このことを利用して、外径30mmの2本のパイプの接合が可能であった。

#### 実施例 3

この実施例3では、第12図に示す装置が用いられ、特に第13図に示すキャピラリを適用して、第14図に示す形状のパイプを得ようとするものである。

第12図を参照して、溶湯14を収納する容器15は、ヒータコイル16をもって構成されたヒータによる加熱を受ける状態に配置される。この容器15の下端部にキャピラリ17が下方に向けて形成される。このキャピラリ17が位置する周囲には、凝固部温度微調整用ヒータコイル18が

配置される。

キャピラリ17の詳細は、第13図に示されている。キャピラリ17には、容器15(第12図)の内部と連通する成形空間19が形成され、この成形空間19内に、断面円形の棒20が形成される。なお、成形空間19および棒20の形状は、第14図に示すパイプ21の形状から明らかとなる。

第14図に示すように、パイプ21は、全体として、大穴22がその中心軸線上を通るものであるが、さらに、複数個の小穴23が大穴22と平行に延びている。したがって、上述の成形空間19によって、大穴22のまわりの形状を与え、棒20によって、小穴23の形成を可能にする。

第12図を参照して、溶湯12は、それ自身の自重と表面張力がバランスされた状態で、キャピラリ17から引出される。第12図において、凝固界面が24で示されていて、この凝固界面24より下方に、前述したパイプ21が形成される。

このような装置を用いて、真空中にて、熱弾性

型マルテンサイト変態温度が10℃となる組成のCu-AI-Ni合金の溶湯14から、第14図に示すようなパイプ21を作製した。そして、このパイプ21の一部に、第15図に示すように、スリット25を形成し、780℃から水冷処理した。10℃以下に冷却した状態で、パイプ21の径を拡げ、そして加熱して縮ませ、この操作を数回繰返すと、加熱・冷却で、自発的に径が小さくなったり大きくなったりする挙動が見られた(可逆形状記憶効果)。

したがって、小穴23に冷却水(または冷却ガス)を流すと、径が拡がり、流すのを止めると、径が縮むコネクタが得られた。このコネクタは、長尺であっても、冷却水等を流したり、止めたりすることで、容易に脱着が可能であった。

以上、実施例1~3について説明したが、各実施例において用いられたキャピラリ4、17は、黒鉛で構成された。黒鉛は、複雑な形状への加工が容易であるという利点があるが、その他、アルミナ、マグネシアなどの多くの高融点物質が用い

られることができる。

また、この発明によれば、種々の断面形状を有する機能合金部材を得ることができる。たとえば、第16図に示すような断面四角形の中空体であっても、第17図に示すようなたとえばL字形のような異型断面を有するものも、キャピラリの形状を変更することにより、容易に作製することができる。

この発明によって得られた機能合金部材は、たとえばコネクタとして適用できるが、その他種々の用途に向けることができる。そして、形状記憶効果、超弾性効果、防振効果の少なくとも1つの機能を有する部材であればよい。

#### 4. 図面の簡単な説明

第1図は、この発明の一実施例において用いられる装置を示す。第2図ないし第8図は、実施例1に対応するもので、第2図はキャピラリ4の先端における凝固界面7付近を示す斜視図であり、第3図はキャピラリ4の上面図であり、第4図は第3図の線IV-IVに沿う断面図であり、第5図な

いし第8図は、得られたパイプ6の用途の一例を説明するための工程図を順次示す。第9図ないし第11図は、実施例2に対応するもので、第9図は得られたパイプ6の斜視図であり、第10図はキャピラリ4の上面図であり、第11図は第10図の線X1-X1に沿う断面図である。第12図ないし第15図は、実施例3に対応するもので、第12図は装置全体を示し、第13図はキャピラリ17を示し、第14図は得られたパイプ21を示し、第15図はスリット25が形成されたパイプ21を示す。第16図および第17図は、それぞれ、この発明によって得られる機能合金部材の断面形状の他の例を示す。

図において、1、14は溶湯、4、17はキャピラリ、5は圧力、6は機能合金部材またはパイプ、7、24は凝固界面、9、19は成形空間、21はパイプである。

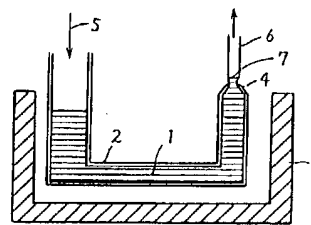
特許出願人 住友電気工業株式会社

代理人 弁理士 深見 久 郎

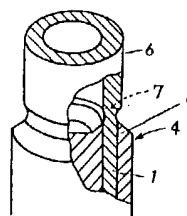
(ほか2名)



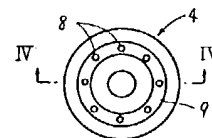
第1図



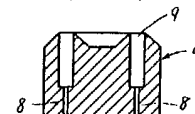
第2図



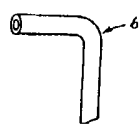
第3図



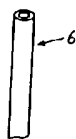
第4図



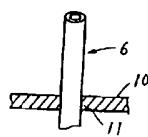
第5圖



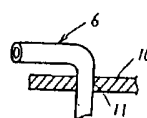
第6圖



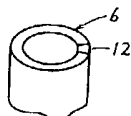
第7圖



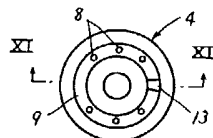
第8圖



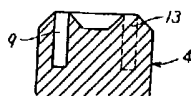
第9圖



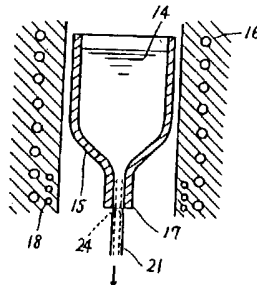
第10圖



第11圖



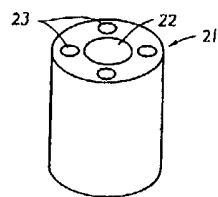
第12圖



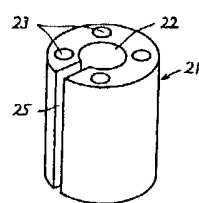
第13圖



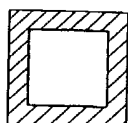
第14圖



第15圖



第16圖



第17圖

